

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-53946

(P2000-53946A)

(43) 公開日 平成12年2月22日 (2000.2.22)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 C 3 C 0 6 3
B 2 4 D 3/00	3 3 0	B 2 4 D 3/00	3 3 0 C
H 0 1 L 21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 D

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-222005

(22) 出願日 平成10年8月5日 (1998.8.5)

(71) 出願人 000002004

昭和電工株式会社

東京都港区芝大門1丁目13番9号

(72) 発明者 貴堂 高德

長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会
社塩尻工場内

(72) 発明者 市川 景隆

長野県塩尻市大字宗賀1 昭和電工株式会
社塩尻工場内

(74) 代理人 100077517

弁理士 石田 敬 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨材組成物

(57) 【要約】

【課題】 研磨加工において高精度面を高効率で得るための研磨材組成物を提供すること。

【解決手段】 水及びカップリング剤で表面処理した砥粒を含む研磨材組成物。研磨中に研磨材粒子が研磨パッドに強く保持される状況を作り出すことで、面精度と研磨速度の両立を高いレベルで実現することができる。

1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 水及びカップリング剤で表面処理した砥粒を含むことを特徴とする研磨材組成物。

【請求項2】 前記砥粒が、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化クロム、酸化鉄、酸化錫、酸化亜鉛、スピネル、ムライト、ジルコン、複合金属酸化物、金属水酸化物、炭化ケイ素、炭化チタン、 B_4C 、ダイヤモンド、窒化ケイ素、窒化チタン、 cBN から選ばれる少なくとも1種以上の化合物を主成分とすることを特徴とする請求項1記載の研磨材組成物。

【請求項3】 砥粒の平均粒子サイズが $10\mu m$ 以下である請求項1または2に記載の研磨材組成物。

【請求項4】 前記カップリング剤が、シラン系カップリング剤、チタネート系カップリング剤、ジルコネート系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤、ホスフェート系カップリング剤から選ばれる少なくとも1種以上のカップリング剤であることを特徴とする請求項1、2または3に記載の研磨材組成物。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、研磨加工において、高精度面を高能率で得るための研磨材組成物に関する。さらに詳しくは、本発明は、光学レンズ、ブラウン管、液晶ディスプレイ基板、フォトマスク用石英ガラスをはじめとする各種ガラス材料研磨工程、ステンレス鋼、チタンをはじめとする各種金属材料研磨工程、LSIデバイス製造工程における二酸化ケイ素膜、窒化ケイ素膜、有機膜をはじめとする絶縁膜研磨工程、同じくLSIデバイス製造工程におけるタングステン膜、アルミニウム膜、銅膜をはじめとする配線材料研磨工程、シリコン単結晶をはじめとする半導体基板材料研磨工程、ニッケルリンで無電解めっきされたアルミニウムや結晶化ガラス等の各種磁気ディスク基板材料研磨工程並びにデクスチャリング工程に好適な研磨材組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】一般に、高精度の研磨面を得るために使用される研磨材組成物は、微細な砥粒を水に分散させたスラリーが主流である。本発明の属する技術分野では、従来、以下に述べるような研磨材組成物が使用されてきた。光学レンズ、ブラウン管、液晶ディスプレイ基板、フォトマスク用石英ガラスをはじめとする各種ガラス材料研磨においては、バストネサイトを焼成、粉砕して得るガラス用酸化セリウム質研磨材が広く使用されている。この分野では、要求される面精度を損なわず、安価で、高い研磨能率が得られるような研磨材組成物が望まれていた。

【0003】また、ステンレス鋼、チタン等の各種金属材料研磨においては、酸化アルミニウムの使用が一般的である。この分野においても、要求される面精度を損な

2

わず、安価で、高い研磨能率が得られるような研磨材組成物が望まれていた。一方、近年のコンピュータ関連技術の進歩はめざましく、LSIデバイスは年々高集積化がすすみ、また磁気ディスクの記憶容量は増大の一途をたどっているが、研磨加工は、これを支える基盤技術の一つとして位置付けられる。

【0004】LSIデバイス製造工程では、デザインルール微細化に伴うフォトリソグラフィ工程での焦点深度の問題を軽減化することを主目的に、層間絶縁膜を対象とした研磨技術が導入され、実用化が始まっている。また、微細配線を形成するための埋め込みメタル研磨（ダマシン法）や、従来のLOCOS（Local Oxidation of Silicon）法より狭い面積で素子分離を実現するためのシャロートレンチアイソレーション（Shallow Trench Isolation）法等、次世代LSIデバイス製造に不可欠な要素技術として、研磨加工技術の応用がすすめられている。微細な素子や配線構造を研磨対象とするこの分野では、言うまでもなく高精度の仕上げ面が要求され、その上で、研磨加工の高能率化、安定化が望まれる。

【0005】層間絶縁膜研磨やシャロートレンチアイソレーション法では、気相法で得た二酸化ケイ素粉末をアルカリ性水溶液に懸濁させたスラリーや酸化セリウム粉末を水に懸濁させたスラリーが主に検討されてきており、一方、メタル研磨では、やはり気相法、あるいは湿式法で得た二酸化ケイ素粉末または酸化アルミニウム粉末を水に懸濁させ、硝酸鉄や過酸化水素等の酸化剤を添加したスラリーが、主に検討されてきている。しかしながら、面精度、研磨速度、研磨速度の安定性、全てが満足できるレベルのものは未だ得られていない。高い面精度を出すためには研磨材粒子は、サブミクロンオーダーで微細であることが必要であるが、一般に、研磨材粒子が小さいほど研磨速度は遅くなる。このように、面精度と研磨速度の安定性はトレードオフの関係にあり、両立は、一般に、容易ではないためである。

【0006】また、シリコン単結晶等の半導体基板材料は、単結晶インゴットをスライシングし、両面ラッピング、エッチングを経て研磨加工がなされ、鏡面に仕上げられる。通常、この研磨工程は2～4段階に分けられ、順次研磨材粒子のサイズを小さくしていくことで無擾乱に極めて近い鏡面が達成される。研磨材としては、湿式法で合成された二酸化ケイ素微粉末、いわゆるコロイダルシリカが使用されることが多く、最終研磨で使用される研磨材は、高純度であることも要求されるため、有機ケイ素化合物を加水分解することで得られるコロイダルシリカが使用される場合が多い。これまでは、複数枚のウェハを研磨プレートに装着して研磨するといういわゆるバッチ式研磨が主流であったが、最近では、ウェハの大口径化が進み、研磨装置の大型化、高剛性化と言う面で、対応が容易でなくなってきた。このような流れで、研磨プレートに1枚だけウェハを装着するという

いわゆる枚葉式研磨の検討も進められている。とくに、枚葉式研磨の場合、スループット向上のために研磨時間の短縮が切実な問題であり、やはり、高精度面、高研磨速度を両立する研磨材組成物が、強く望まれていた。

【0007】磁気ディスク基板材料の研磨においては、磁気ディスク基板材料がニッケルリンで無電解めっきされたアルミニウムの場合、酸化アルミニウム粉末を水に懸濁させ、グルコン酸等を添加したスラリーや、酸化チタニウム粉末を水に懸濁させ、硝酸アルミニウム等を添加したスラリー等が提案され、検討がすすめられている。また、結晶化ガラス系材料からなる基板の研磨には、バストネサイトを焼成、粉碎して得るガラス用酸化セリウム質研磨材等で検討がすすめられている。この分野でも、高精度な仕上げ面が要求され、その上で研磨加工の高能率が望まれるという状況は、LSIデバイス工程における研磨と同様であり、これを実現しうる研磨材組成物が切望されていた。

【0008】さらに、ニッケルリンで無電解めっきされたアルミニウム等の磁気ディスク基板では、研磨面にテクスチャリング条痕を付けることが一般的である。これは、磁気ディスク表面があまりに平滑すぎると、磁気ヘッドが浮上して回転する際、磁気ディスク表面に付いてしまい、回転を停止してしまう現象、いわゆる「磁気ヘッドの吸着」が起きてしまうため、ある程度磁気ディスク表面を荒らす目的で行われている。最近では、引き続いて形成される磁性層を好ましく配向させることを主目的に行われる場合が多い。もちろん、このテクスチャリング条痕は、浮上中の磁気ヘッドと衝突してしまうほど大きくてはいけない。テクスチャリング工程で使用される研磨材組成物としては、ダイヤモンド砥粒や、酸化アルミニウム砥粒を加工液に混合したスラリーが一般的である。この分野においても、必要な面精度を維持した上での高能率加工が望まれていた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】「従来の技術」の項で詳述したとおり、光学レンズ、ブラウン管、液晶ディスプレイ基板、フォトマスク用石英ガラスをはじめとする各種ガラス材料研磨工程、ステンレス鋼、チタンをはじめとする各種金属材料研磨工程、LSIデバイス製造工程における二酸化ケイ素膜、窒化ケイ素膜、有機膜をはじめとする絶縁膜研磨工程、同じくLSIデバイス製造工程におけるタングステン膜、アルミニウム膜、銅膜をはじめとする配線材料研磨工程、シリコン単結晶をはじめとする半導体基板材料研磨工程、ニッケルリンで無電解めっきされたアルミニウムや結晶化ガラス等の各種磁気ディスク基板材料研磨工程並びにテクスチャリング工程では、要求されるレベル自体は各分野で異なる場合があるものの、面精度と研磨速度の両立を現状よりも高いレベルで実現することが強く望まれていた。

【0010】本発明は、上記課題を解決できる研磨材組

成物を提供するものである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記課題を解決するために、鋭意努力した結果、主成分として、水及びカップリング剤で表面処理された砥粒を含むことを特徴とする研磨材組成物、及び、前記砥粒が、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化クロム、酸化鉄、酸化錫、酸化亜鉛、スピネル、ムライト、ジルコン、複合金属酸化物、金属水酸化物、炭化ケイ素、炭化チタン、 B_4C 、ダイヤモンド、窒化ケイ素、窒化チタン、 cBN から選ばれる少なくとも1種以上の砥粒を主成分とすることを特徴とする研磨材組成物、及び、前記砥粒の平均粒子サイズが $10\mu m$ 以下であることを特徴とする研磨材組成物、及び前記カップリング剤が、シラン系カップリング剤、チタネート系カップリング剤、ジルコネート系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤、ホスフェート系カップリング剤から選ばれる少なくとも1種以上のカップリング剤であることを特徴とする研磨材組成物を見出した。

【0012】本発明では、研磨中に、研磨材粒子が研磨パッドに強く保持される状況をつくり出すことで、面精度と研磨速度性の両立を高いレベルで実現することを可能にしている。研磨パッドは専ら樹脂製であり、高精度が要求される研磨で使用される研磨パッドとしては、キャストリング、スライシングを経て製造される乾式独立発泡タイプのポリウレタンパッド（ロデール社製「LP-77」）、「IC1000」等）、または、ポリエステル繊維にポリウレタンを含浸させ、湿式で発泡させた不織布タイプ（ロデール社製「Suba400」等）、あるいは不織布タイプパッドの上層にナップ層と呼ばれるポリウレタンの垂直発泡構造を形成させたスエードタイプ（ロデール社製「Supreme RN-H」等）が主なものである。最近では、フッ素樹脂系のパッドも検討されている。このように、パッド材料が有機化合物であるのに対し、砥粒は、金属酸化物や金属窒化物、金属炭化物等の無機化合物である場合がほとんどであり、とりわけ、被加工物に対して適度な硬度を有する金属酸化物が適宜選択され、使用されてきた。一般に、金属酸化物のような無機化合物表面は有機化合物表面と親和性が低く、なじみが悪い。そこで、砥粒とパッドとの親和性を高めることができれば、研磨中に、砥粒が研磨パッドに強く保持される状況をつくり出すことができ、その結果、有効に被加工物に作用する砥粒の割合が増え、研磨速度を向上させることができるという考えに至った。

【0013】無機化合物表面と有機化合物表面の親和性を高める有効な手法として、カップリング剤で表面処理することは公知であるが、研磨材組成物への適用は、ほとんどなされていなかった。そもそもカップリング剤による表面処理は、無機フィラー粒子を有機材料に充填することが必要な分野に適用されてきた技術であるため、

5

本発明の対象であり、広く一般に使用されている、水を主成分とする研磨材組成物に利用することは、容易に発想しうるものではなく、考慮の対象とならなかったためである。

【0014】研磨材組成物に何らかの形でカップリング剤による表面処理を適用した技術としては、下記の例があげられるが、本発明の根幹をなす、水を主成分とする研磨材組成物において、砥粒とパッドとの親和性を強くすることで研磨速度の向上を図るという考えに対して、何ら教示を与えるものではない。特開昭60-127965号公報には、無機化合物粉体をカップリング剤と反応させて有機溶媒中に分散させた組成物が開示されている。しかし、分散媒体が有機溶媒である限られた応用の場合には、無機化合物粉体をカップリング剤で表面処理することは極めて自然であり、分散媒体が水である本発明とは全く関係がない。

【0015】一般に、研磨材組成物の分散媒体としては、水が使用される場合が圧倒的に多い。水は、有機溶媒に比べ、研磨促進作用が大きいためである。例えば、ガラスを研磨する場合には、水が存在することにより、ガラス表面に水和層が形成されつつ研磨が進行するとき10に高い研磨速度で高精度面が得られるとされており、実際、有機溶媒を分散媒体とした研磨材組成物は、ガラスに対してほとんど研磨力をもたない。また、金属を研磨する場合にも、水の存在下で金属表面が加水分解され、金属酸化物層あるいは水酸化物層が形成されるときに高い研磨速度で高精度面が得られるとされている。このように、有機溶媒を分散媒体として使用すると、水を使用した場合に比べ、研磨速度が著しく低くなるため、面精度と研磨速度を高いレベルで実現することが目的である本発明の対象とはならない。

【0016】

【発明の実施の形態】本発明は、高精度面を高能率で得るための研磨材組成物、すなわち、光学レンズ、ブラウン管、液晶ディスプレイ基板、フォトマスク用石英ガラスをはじめとする各種ガラス材料研磨工程、ステンレス鋼、チタンをはじめとする各種金属材料研磨工程、LSIデバイス製造工程における酸化ケイ素膜、窒化ケイ素膜、有機膜をはじめとする絶縁膜研磨工程、同じくLSIデバイス製造工程におけるタンクステン膜、アルミニウム膜、銅膜をはじめとする配線材料研磨工程、シリコン単結晶をはじめとする半導体基板材料研磨工程、ニッケルリンで無電解めっきされたアルミニウムや結晶化ガラス等の各種磁気ディスク基板材料研磨工程並びにテクスチャリング工程で使用される研磨材組成物を構成する砥粒全般に適用可能である。

【0017】このような砥粒としては、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化クロム、酸化鉄、酸化錫、酸化亜鉛、スピネル、ムライト、ジルコン、複合金属酸化物、金属水酸化物、炭化

6

ケイ素、炭化チタン、 B_4C 、ダイヤモンド、窒化ケイ素、窒化チタン、 cBN から選ばれる少なくとも1種以上の砥粒を主成分とするもの等があげられるが、これに限定されるものではない。

【0018】ここで述べた砥粒の中でも、酸化アルミニウム、酸化セリウム、酸化チタン、酸化ジルコニウムは、カップリング剤での表面処理の効果が大きく、面精度と研磨速度を高いレベルで両立できるため、とくに好適に使用できる。これらの砥粒の平均粒子サイズ、一次結晶サイズは、研磨性能に大きな影響があるため、重要である。研磨材組成物が利用される分野により要求される研磨性能レベルに差があるが、本発明の対象とする、高精度面を高能率で得ることが要求される分野では、一般に、砥粒の平均粒子サイズは $0.01 \sim 10 \mu m$ であることが好ましく、 $0.1 \sim 5 \mu m$ であることがより好ましく、 $0.1 \sim 1 \mu m$ であることがさらに好ましい。 $0.01 \mu m$ 未満では、所望の研磨速度を得難くなるため好ましくなく、 $10 \mu m$ を越えると研磨面に傷が入りやすくなるため好ましくない。また、砥粒の一次結晶サイズは、好ましくは $0.005 \sim 5 \mu m$ 、より好ましくは、 $0.02 \sim 1 \mu m$ である。 $0.005 \mu m$ 未満では、研磨速度が小さくなり、また $5 \mu m$ を越えると傷が入りやすく好ましくない。

【0019】また、研磨材組成物中の砥粒濃度については、研磨材組成物が利用される分野や、加工圧力等の研磨条件等により異なるが、 $0.01 \sim 30 \text{ wt\%}$ であることが好ましい。 0.01 wt\% 未満だと、高い研磨速度を得ることが難しくなり、 30 wt\% を越えても、増量による研磨速度の向上が少なく、経済的でないため好ましくない。

【0020】本発明で使用するカップリング剤は、シラン系カップリング剤、チタネート系カップリング剤、ジルコネート系カップリング剤、アルミニウム系カップリング剤、ホスフェート系カップリング剤等があげられる。シラン系カップリング剤の例としては、ビニルトリクロロシラン、1、2-ジクロロエチルトリクロロシラン、1-クロロエチルトリクロロシラン、2-クロロエチルトリクロロシラン、エチルトリクロロシラン、3、3、3-トリフルオロプロピルトリクロロシラン、2-シアノエチルトリクロロシラン、アリルトリクロロシラン、3-プロモプロピルトリクロロシラン、3-クロロプロピルトリクロロシラン、 n -プロピルトリクロロシラン、3-シアノプロピルトリクロロシラン、 n -ブチルトリクロロシラン、イソブチルトリクロロシラン、ペンチルトリクロロシラン、ヘキシルトリクロロシラン、ベンジルトリクロロシラン、 p -トリルトリクロロシラン、6-トリクロロシリル-2-ノルボルネン、2-トリクロロシリルノルボルネン、ヘブチルトリクロロシラン、2-(4-シクロヘキセニルエチル)トリクロロシラン、オクチルトリクロロシラン、クロロフェニルエチ

7

ルトリクロロシラン、テトラデシルトリクロロシラン、オクタデシルトリクロロシラン、エイコシルトリクロロシラン、ドコシルトリクロロシラン、クロロメチルトリメトキシシラン、メチルトリメトキシシラン、メルカプトメチルトリメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、エチルトリメトキシシラン、3、3、3-トリフルオトプロビルトリメトキシシラン、2-シアノエチルトリメトキシシラン、3-クロロプロビルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロビルトリメトキシシラン、3-アミノプロビルトリメトキシシラン、2-アミノエチルアミノメチルトリメトキシシラン、ブチルトリメトキシシラン、3-トリフルオロアセトキシプロビルトリメトキシシラン、N-3-（アミノエチル）3-アミノプロビルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、3-アリルアミノプロビルトリメトキシシラン、ヘキシルトリメトキシシラン、3-モルホリノプロビルトリメトキシシラン、3-ビペラジノプロビルトリメトキシシラン、3-〔2-（2-アミノエチルアミノエチルアミノ）プロビル〕トリメトキシシラン、2-（3、4-エポキシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、3-ビペラジノプロビルトリメトキシシラン、3-フェニルアミノプロビルトリメトキシシラン、3-シクロヘキシルアミノプロビルトリメトキシシラン、O、O'-ジエチルS-（2-トリエトキシシリルエチル）ジチオホスフェート、3-ベンジルアミノプロビルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、エチルトリエトキシシラン、3-クロロプロビルトリエトキシシラン、プロビルトリエトキシシラン、3-アミノプロビルトリエトキシシラン、2-（2-アミノエチルチオエチル）トリエトキシシラン、ベンチルトリエトキシシラン、4-クロロフェニルトリエトキシシラン、フェニルトリエトキシシラン、ベンジルトリエトキシシラン、6-トリエトキシシリル-2-ノルボルネン、オクチルトリエトキシシラン、N-（3-トリエトキシシリルプロビル）-p-ニトロベンズアミド、ドデシルトリエトキシシラン、オクタデシルトリエトキシシラン、アリルトリエトキシシラン、3-グリシドキシプロビルトリエトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルトリエトキシシラン、N-3-（アミノエチル）3-アミノプロビルトリエトキシシラン、メチルトリプロボキシシラン、ビニルトリス（2-メトキシエトキシ）シラン、3-グリシドキシプロビルメチルジエトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルメチルジエトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルメチルジエトキシシラン、N-3-（アミノエチル）3-アミノプロビルメチルジメトキシシラン、等が挙げられる。また、シラザン及びその縮合物等の誘導体、クロロシラン及びその縮合物等の誘導体、アルコキシシラン及びその縮合物等の誘

8

導体等の構造の中に加水分解基を持つシリコンも本発明で言うシラン系カップリング剤に含まれる。チタネート系カップリング剤の例としては、ネオペンチル（ジアリル）オキシトリ（ジオクチル）ピロホスフェートチタネート等があげられる。ジルコネート系カップリング剤の例としては、シクロ（ジオクチル）ピロホスフェートジオクチルジルコネート等があげられる。アルミニウム系カップリング剤の例としては、アセトアルコキシアルミニウムジイソプロピレート等があげられる。ホスフェート系カップリング剤の例としては、ジブチル2-メタリロイロキシジエチルホスフェート等があげられる。中でも、シラン系カップリング剤は、工業的に最も多く使用されており、コスト面、種類の豊富さの面、入手の容易さの面で有利である。これらのシラン系カップリング剤のなかで、特にアルコキシ系シランが好ましく、たとえば、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、2-（3、4-エポキシクロヘキシル）エチルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロビルトリメトキシシラン、3-グリシドキシプロビルメチルジエトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルトリメトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルトリエトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルメチルジメトキシシラン、3-メタクリロキシプロビルメチルジエトキシシラン、3-アミノプロビルトリメトキシシラン、2-アミノエチルアミノメチルトリメトキシシラン、N-3-（アミノエチル）3-アミノプロビルトリメトキシシラン、3-〔2-（2-アミノエチルアミノエチルアミノ）プロビル〕トリメトキシシラン、3-フェニルアミノプロビルトリメトキシシラン、3-ベンジルアミノプロビルトリメトキシシラン、3-アミノプロビルトリエトキシシラン、2-（2-アミノエチルチオエチル）トリエトキシシラン、N-3-（アミノエチル）3-アミノプロビルトリエトキシシラン、N-3-（アミノエチル）3-アミノプロビルメチルジメトキシシラン、3-クロロプロビルトリメトキシシラン、3-クロロプロビルトリエトキシシラン、メルカプトメチルトリメトキシシラン、3-メルカプトプロビルトリメトキシシランが挙げられる。とくに、N-β（アミノエチル）γ-アミノプロビルメチルジメトキシシラン、N-β（アミノエチル）γ-アミノプロビルトリメトキシシラン、N-β（アミノエチル）γ-アミノプロビルトリエトキシシラン、γ-アミノプロビルトリメトキシシラン、γ-アミノプロビルトリエトキシシラン等のアミノ基を有するシランカップリング剤は、水溶液中での安定性が高いため、水を分散媒とする本発明の研磨材組成物に、最も有利に使用できる。

【0021】これらカップリング剤の適正な使用量は、使用するカップリング剤の種類、表面処理方法、表面処

理の対象とする砥粒の種類及び物性に依存するものであるが、砥粒に対し、0.001wt%~5wt%であることが好ましく、0.01wt%~1wt%であることがさらに好ましい。0.001wt%未満の場合には、砥粒とパッドとの親和性の向上という効果が得難くなる。一方、5wt%を越えると、砥粒は撥水性を持ち、水に懸濁できなくなるおそれがあり、また、カップリング剤が被加工物と砥粒との間に介在して直接接触を妨げる作用が強くなるため、研磨速度の低下をもたらすおそれがある。

【0022】本発明における、カップリング剤による表面処理方法は、とくに限定されるものではない。V型ブレンダー等で砥粒を粉末状態で強制攪拌しながら、カップリング剤溶液を乾燥空気や窒素などで噴霧させ、充分混合を行った後、砥粒表面での縮合反応のための100~200℃程度の熱処理を行う乾式法、砥粒を水等に懸濁させ、スラリー状態となったところにカップリング剤溶液を添加し、固液分離した後、100~200℃程度で乾燥させる湿式法等、工業的に確立された一般的な手法が利用できる。

【0023】本発明の研磨材組成物は、上記のごとく、カップリング剤で表面処理された砥粒を、水、好ましくは純水に分散させることで得られる。砥粒の分散手法はとくに限定されるものではなく、通常の攪拌機、ホモミキサー、タービンミキサー、媒体攪拌ミル等の公知の分散機器が利用できる。また、この際、ポリカルボン酸塩、ナフタレンスルホン酸塩ホルマリン縮合物等の水系スラリーに適するとされる公知の分散剤を添加してもよい。さらに、粗い凝集粒子を除くため、沈降分級や、フィルトレーションを行ってもよい。

【0024】また、本発明の研磨材組成物は、各種研磨対象材質に応じ、研磨促進作用をもつ物質を含んでも良い。例えば、研磨対象材質が金属である場合に有効な研磨促進剤としては、過酸化水素、硝酸鉄、ペルオキシ二硫酸アンモニウム、硝酸二アンモニウムセリウム、硝酸アルミニウム等があげられ、研磨対象材質がシリコンである場合に有効な研磨促進剤としては、KOH、アンモニア、アミン類等があげられる。

【0025】さらに、本発明の研磨材組成物は、粘度調整剤、pH調整剤、緩衝剤、キレート剤、界面活性剤、有機酸及びその塩等、当該分野で公知の各種添加剤を混合してもよい。

【0026】

【実施例】以下に、実施例をあげて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例により何ら限定されるものではない。

実施例1

バストネサイト系酸化セリウム質砥粒（東北金属化学（株）社製、ROX H-1：酸化セリウム含有量約50wt%、 $d_{50}=1.8\mu\text{m}$ ）3kgを7kgの純水に懸濁させ、通常の攪拌機を使用して30分間攪拌し、スラリー

を得た。このスラリーに、シランカップリング剤（日本ユニカー（株）社製、A-1120、N-B（アミノエチル）γ-アミノプロピルトリメトキシシラン）15gを添加し、さらに20時間攪拌を行った後、固形分を濾別し、120℃で2時間乾燥することで、シランカップリング剤で表面処理された酸化セリウム質砥粒を得た。この場合、シランカップリング剤は、酸化セリウム質砥粒に対し、0.5wt%の使用量となっている。

【0027】このようにして得た酸化セリウム質砥粒1kgを4kgの純水に懸濁させ、通常の攪拌機を使用して30分間攪拌し、スラリー状の研磨材組成物（砥粒濃度20wt%）を造った。この研磨材組成物の、青板ガラスに対する研磨性能評価を、以下の方法で行った。

【研磨条件】

被研磨材：青板ガラス（300mm×300mm×2mmt）
パッド：ガラス研磨用発泡ウレタンパッド（ロデール社製、LP-77）

研磨機：オスカータイプ片面研磨機（スピードファム社製、SP-800）

加工圧力：150gf/cm²

定盤回転速度：80rpm

スラリー供給速度：1000ml/min

研磨時間：10分間

【評価項目と評価方法】

研磨速度：マイクロメータ（研磨前後の厚みの差を研磨時間で除することで算出）

表面粗さ：触針式表面粗さ計

傷：光学顕微鏡微分干渉観察（青板ガラス表面を100倍で50視野観察し、個数をカウント）

上記の研磨試験の結果、研磨速度は1.57μm/minと高い値であり、表面粗さ、Raは10.1Å、傷は1個観察された。

【0028】比較例1

シランカップリング剤による表面処理を行わずに、実施例1と同様の酸化セリウム質研磨材組成物を造り、実施例1と同様の研磨性能評価を行った。研磨速度は1.04μm/min、Raは10.0Å、傷は3個観察された。

比較例2

純水に替えてエタノールを分散媒体として使用した以外は、実施例1と同様の酸化セリウム質研磨材組成物を造り、実施例1と同様の研磨性能評価を行った。研磨速度は0.11μm/minとほとんど研磨がなされず、Raは7.5μm、傷は多数観察された。

【0029】実施例2

砥粒を酸化アルミニウム（昭和電工（株）社製、UA-5025、 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、 $d_{50}=0.7\mu\text{m}$ ）とした以外、実施例1と同様にカップリング剤による表面処理を行った。このものを純水に懸濁し、さらに過酸化水素水を添加して、通常の攪拌機で30分間攪拌を行うこと

で、酸化アルミニウム砥粒濃度10wt%、過酸化水素濃度4%のスラリー状研磨材組成物を造った。

【0030】この研磨材組成物の、ステンレス鋼に対する研磨性能評価を、以下の方法で行った。

〔研磨条件〕

被研磨材：SUS304製円板（20mmΦ，5mmt）を5個、ガラス製円板（110mmΦ，5mmt）に貼付して作製）

パッド：不織布タイプパッド（ロデール社製、Suba400）

研磨機：片面研磨機（丸本工業社製、型番7941338）

加工圧力：200gf/cm²

定盤回転速度：60rpm

スラリー供給速度：10ml/min

研磨時間：30分間

〔評価項目と評価方法〕

研磨速度：マイクロメータ（研磨前後の厚みの差を研磨時間で除することで算出）

表面粗さ：触針式表面粗さ計

傷：光学顕微鏡微分干渉観察（SUS円板表面を100倍で観察し、個数をカウント）

上記の研磨試験の結果、研磨速度は1.10μm/minと高い値であり、表面粗さRaは25.5Å、傷は5個であった。

【0031】比較例3

シランカップリング剤による表面処理を行わずに、実施例2と同様の酸化アルミニウム研磨材組成物を造り、実施例2と同様の研磨性能評価を行った。研磨速度は0.68μm/min、Raは27.8Å、傷は3個観察された。

実施例3

試薬酸化チタン（和光純薬工業社製、TiO₂、純度99%）を粉砕し、純水を使用した沈降分級を行うことで、d₅₀=1.9μmに調整された酸化チタンスラリーを造り、実施例1と同様の方法でシランカップリング剤による表面処理を行うことで、スラリー状の研磨材組成物（砥粒濃度20wt%）を得た。

【0032】このものについて、実施例1と同様の研磨性能評価を行った。研磨速度は0.86μm/min、R

*aは13.3Å、傷は2個観察された。

比較例4

シランカップリング剤による表面処理を行わずに、実施例3と同様の酸化チタン研磨材組成物を造り、実施例1と同様の研磨性能評価を行った。

【0033】研磨速度は0.52μm/min、Raは12.9Å、傷は1個観察された。

実施例4

試薬酸化ジルコニウム（和光純薬工業社製、ZrO₂、純度99%）を粉砕し、純水を使用した沈降分級を行うことで、d₅₀=1.8μmに調整された酸化ジルコニウムスラリーを造り、実施例1と同様の方法でシランカップリング剤による表面処理を行うことで、スラリー状の研磨材組成物（砥粒濃度20wt%）を得た。

【0034】このものについて、実施例1と同様の研磨性能評価を行った。研磨速度は1.12μm/min、Raは15.7Å、傷は4個観察された。

比較例5

シランカップリング剤による表面処理を行わずに、実施例4と同様の酸化ジルコニウム研磨材組成物を造り、実施例1と同様の研磨性能評価を行った。

【0035】研磨速度は0.78μm/min、Raは17.1Å、傷は4個観察された。

【0036】

【発明の効果】本発明の研磨材組成物は、カップリング剤による表面処理でパッドとの親和性を向上させた砥粒を含むため、光学レンズ、ブラウン管、液晶ディスプレイ基板、フォトマスク用石英ガラスをはじめとする各種ガラス材料研磨工程、ステンレス鋼、チタンをはじめとする各種金属材料研磨工程、LSIデバイス製造工程における二酸化ケイ素膜、窒化ケイ素膜、有機膜をはじめとする絶縁膜研磨工程、同じくLSIデバイス製造工程におけるタングステン膜、アルミニウム膜、銅膜をはじめとする配線材料研磨工程、シリコン単結晶をはじめとする半導体基板材料研磨工程、ニッケルリンで無電解めっきされたアルミニウムや結晶化ガラス等の各種磁気ディスク基板材料研磨工程並びにテクスチャリング工程において、面精度と研磨速度の両立を、現状よりも高いレベルで実現できる。

フロントページの続き

(72)発明者 魚谷 信夫
千葉県千葉市緑区大野台1-1-1 昭和
電工株式会社総合研究所内

Fターム(参考) 3C063 BB01 BB02 BB03 BB04 BB07
BB14 EE01 EE02 EE10 FF23

